

DOCKET NO.: 217826 US

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

IN RE APPLICATION OF: Osamu YAMASHITA, et al.

SERIAL NO.: NEW U.S. PCT APPLICATION

FILED: HEREWITH

INTERNATIONAL APPLICATION NO.: PCT/JP00/04670

INTERNATIONAL FILING DATE: July 12, 2000

FOR: DEODORANT

**REQUEST FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119**  
**AND THE INTERNATIONAL CONVENTION**

Assistant Commissioner for Patents  
Washington, D.C. 20231

Sir:

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicant claims as priority:

<b><u>COUNTRY</u></b>	<b><u>APPLICATION NO</u></b>	<b><u>DAY/MONTH/YEAR</u></b>
Japan	11-211070	26 July 1999
Japan	2000-104720	06 April 2000
Japan	2000-196030	29 June 2000

Certified copies of the corresponding Convention application(s) were submitted to the International Bureau in PCT Application No. PCT/JP00/04670. Receipt of the certified copy(s) by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.

Respectfully submitted,  
OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,  
MAIER & NEUSTADT, P.C.



22850

(703) 413-3000  
Fax No. (703) 413-2220  
(OSMMN 1/97)

Norman F. Oblon  
Attorney of Record  
Registration No. 24,618  
Surinder Sachar  
Registration No. 34,423



JP00/4670

EU

日本国特許庁

01.09.00

PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT

10/030112

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日

Date of Application:

2000年 4月 6日

REC'D 14 SEP 2000

WIPO

PCT

出願番号

Application Number:

特願2000-104720

出願人

Applicant(s):

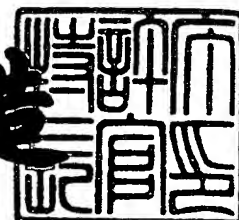
花王株式会社

**PRIORITY  
DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2000年 8月25日

特許庁長官  
Commissioner,  
Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2000-3067732

【書類名】 特許願  
 【整理番号】 P01651204  
 【あて先】 特許庁長官殿  
 【国際特許分類】 A61K 7/06

【発明者】

【住所又は居所】 東京都墨田区文花 2 - 1 - 3 花王株式会社研究所内

【氏名】 土藏 圭二

【発明者】

【住所又は居所】 和歌山県和歌山市湊 1 3 3 4 花王株式会社研究所内

【氏名】 山下 修

【発明者】

【住所又は居所】 和歌山県和歌山市湊 1 3 3 4 花王株式会社研究所内

【氏名】 田中 成佳

【特許出願人】

【識別番号】 000000918

【氏名又は名称】 花王株式会社

【代理人】

【識別番号】 100068700

【弁理士】

【氏名又は名称】 有賀 三幸

【選任した代理人】

【識別番号】 100077562

【弁理士】

【氏名又は名称】 高野 登志雄

【選任した代理人】

【識別番号】 100096736

【弁理士】

【氏名又は名称】 中嶋 俊夫

【選任した代理人】

【識別番号】 100101317

【弁理士】

【氏名又は名称】 的場 ひろみ

【選任した代理人】

【識別番号】 100111028

---

【弁理士】

【氏名又は名称】 山本 博人

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 011752

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 毛髪化粧料

【特許請求の範囲】

【請求項1】 25℃における第一次解離定数 $K_1$ と第二次解離定数 $K_2$ の差が1.7以上である有機二塩基酸又はその塩を含有する毛髪化粧料。

【請求項2】 有機二塩基酸の第二次解離定数 $K_2$ が6～8である請求項1記載の毛髪化粧料。

【請求項3】 水又は低級アルコールを含有する請求項1又は2記載の毛髪化粧料。

【請求項4】 香料を含有する請求項1～3いずれか1項記載の毛髪化粧料。

【請求項5】 界面活性剤を含有する請求項1～4いずれか1項記載の毛髪化粧料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、毛髪に付着したタバコ臭や調理臭、頭部の汗臭等の不快な臭いの消臭に優れた毛髪化粧料に関する。

【0002】

【従来の技術】

美しくきれいな毛髪の状態を維持し、洗髪後の心地良い香りが毛髪からすることは、日常生活を快適に営む上で重要なことである。これらを妨げる原因として、空間に発せられたタバコ臭や調理臭が挙げられるが、これらは毛髪に付着しやすく、特に毛髪の長い女性などは非常に不快に感じる機会が多かった。また頭部に発生した汗臭も不快臭の原因となっている。これら不快臭は、トリメチルアミン等のアミン類、メチルメルカプタン等のメルカプタン類及び酢酸、プロピオン酸、吉草酸等の低級脂肪酸が主たる成分である。従来、これらのタバコ臭や調理臭、汗臭に対しては、ヘアロンやスタイリング剤等を使用して、その香料によってマスキングするといった方法が一般的であった。

【 0 0 0 3 】

【発明が解決しようとする課題】

しかし、いずれの場合においても、使用したヘアコロンやスタイリング剤と不快臭が混じり合って、十分に不快臭を解消できなかつたり、不快臭を感じさせないような強い匂いのヘアコロン等を使用した場合には、逆に他人に不快な香りとして受け取られるといった問題があった。

そこで、本発明目的は、毛髪に付着したタバコ臭や調理臭、頭部の汗臭等の不快臭を効果的に消臭する毛髪化粧料を提供することにある。

【 0 0 0 4 】

【課題を解決するための手段】

本発明者は、特定の有機酸を含有する毛髪化粧料が、毛髪に付着したタバコ臭や調理臭、頭部の汗臭等の不快臭を消臭する効果が優れていることを見出した。

【 0 0 0 5 】

本発明は、25℃における第一次解離定数 $K_1$ と第二次解離定数 $K_2$ の差が1.7以上である有機二塩基酸又はその塩を含有する毛髪化粧料を提供するものである。

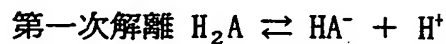
【 0 0 0 6 】

【発明の実施の形態】

本発明で使用する有機二塩基酸 $H_2A$ は、次の解離を行う。

【 0 0 0 7 】

【化1】



ここで、各々の活動度を $a_{H_2A}$ 、 $a_{HA^-}$ 、 $a_{H^+}$ 、 $a_{A^{2-}}$ とすると

$$K_1 = a_{HA^-} \cdot a_{H^+} / a_{H_2A}$$

$$K_2 = a_{A^{2-}} \cdot a_{H^+} / a_{HA^-}$$

【0008】

これら $K_1$ 、 $K_2$ は電位差滴定法を用いて測定できる値であって、例えば電位差自動滴定装置（京都電子工業株式会社製AT310J）等の測定装置が市販されており、測定可能である。また、 $K_1$ 、 $K_2$ は各種の化学物質に関する物理定数を掲げた文献に記載されており（例えば日本化学会編「化学便覧」丸善株式会社等）、開放されたデータベース（Compudrug社—pKaBASE等）により求めることができる。

【0009】

本発明で使用する有機二塩基酸の $K_1$ 、 $K_2$ は、その差が1.7以上であることを要する。また、この有機二塩基酸は塩として含有されていても良く、アルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩、アンモニウム塩、アルカノールアミン塩等の塩として（好ましくはカリウム、ナトリウム等のアルカリ金属の塩）、更にはその塩は一塩、二塩又は混合塩であっても良い。

【0010】

これらの有機二塩基酸のより具体的な物質とその $K_1$ 、 $K_2$ を表1及び表2に示す。

【0011】



【表 1】

(25℃)			
有機二塩基酸	K <sub>1</sub>	K <sub>2</sub>	差
トランス-1, 2-シクロペンタンジカルボン酸	4.14	5.99	1.85
トランス-1, 2-シクロヘキサンジカルボン酸	4.30	6.06	1.76
トランス-1, 2-シクロヘプタンジカルボン酸	4.30	6.18	1.88
トランス-1, 2-シクロオクタンジカルボン酸	4.37	6.24	1.87
シス-1, 2-シクロプロパンジカルボン酸	3.56	6.65	3.09
シス-1, 2-シクロブタンジカルボン酸	4.16	6.23	2.07
シス-1, 2-シクロペンタンジカルボン酸	4.42	6.57	2.15
シス-1, 2-シクロヘキサンジカルボン酸	4.25	6.74	2.32
シス-1, 2-シクロヘプタンジカルボン酸	3.87	7.60	3.73
シス-1, 2-シクロオクタンジカルボン酸	3.99	7.34	3.35
3, 3-ジメチル-シス-1, 2-シクロプロパンジカルボン酸	2.61	8.17	5.56
2, 3-ジメチルコハク酸	3.92	6.00	2.08
2, 3-ジエチルコハク酸	3.63	6.46	2.83
2, 3-ジ- <i>t</i> -ブチルコハク酸	2.20	10.26	8.06
2-エチル-3-メチルコハク酸	3.20	6.10	2.90
テトラメチルコハク酸	3.56	7.41	3.85
フェニルコハク酸	3.78	5.55	1.77
3, 3-ジメチルグルタル酸	3.85	8.45	4.60
3, 3-ジエチルグルタル酸	3.67	7.42	3.75
3, 3-ジプロピルグルタル酸	3.65	7.48	3.83
3, 3-ジイソプロピルグルタル酸	3.63	7.68	4.05
3-メチル-3-エチルグルタル酸	3.62	6.70	3.08
3-イソプロピル-3-メチルグルタル酸	3.78	6.92	3.14
3- <i>t</i> -ブチル-3-メチルグルタル酸	3.61	7.49	3.88
2-エチル-2-(1-エチルプロピル)グルタル酸	2.15	7.31	5.16
3-メチル-3-フェニルグルタル酸	4.12	6.17	2.05
3-エチル-3-フェニルグルタル酸	3.89	6.95	3.06
3, 3-ジフェニルグルタル酸	4.02	6.81	2.79
3-フェニル-3-プロピルグルタル酸	3.88	6.94	3.06
2-メチルシクロヘキシル-1, 1-ジ酢酸	3.53	6.89	3.36
3-メチルシクロヘキシル-1, 1-ジ酢酸	3.49	6.08	2.59
4-メチルシクロヘキシル-1, 1-ジ酢酸	3.49	6.10	2.61
シクロペンチル-1, 1-ジ酢酸	3.80	6.77	2.97
3-メチルシクロペンチル-1, 1-ジ酢酸	3.79	6.74	2.95
シクロヘキシル-1, 1-ジ酢酸	3.49	7.08	3.59
2-メチルマロン酸	3.05	5.76	2.71

【0012】

【表 2】

(25℃)			
有機二塩基酸	K <sub>1</sub>	K <sub>2</sub>	差
2-エチルマロン酸	2.96	5.81	2.85
2-イソプロピルマロン酸	2.92	5.88	2.96
2-tert-ブチルマロン酸	2.92	7.04	4.12
2, 2-ジメチルマロン酸	3.03	5.73	2.70
2-ジエチルマロン酸	2.15	7.42	5.27
2, 2-ジプロピルマロン酸	1.86	7.18	5.32
2, 2-ジイソプロピルマロン酸	2.12	8.85	6.73
2-エチル-2-メチルマロン酸	2.20	6.65	4.45
2-エチル-2-イソプロピルマロン酸	2.03	8.10	6.07
マレイン酸	1.75	5.83	4.08

## 【0013】

また、界面活性剤能を有する化合物として、アルキル鎖又はアルケニル鎖の炭素数が8～18のアルキル又はアルケニルカルボン酸等が挙げられる。これらのK<sub>1</sub>は4.1付近、K<sub>2</sub>は6.1付近である。

## 【0014】

その他、イソプレン、シクロヘキサジエン、ミルセン等のジエン化合物とマレイン酸、シトラコン酸等のジエノフィル化合物とのディールスアルダー反応生成物及びその水素添加物、例えば、5-ノルボルネン-2, 3-ジカルボン酸が使用できる。更には、酒石酸をアルデヒド、ケトンでアセタール化、ケタール化したものも使用できる。

## 【0015】

このうち、縮環構造を有するものは特に好ましく、例えば、シス-1, 2-シクロヘキサンジカルボン酸 [HHPA]、シス-1, 2-シクロヘプタンジカルボン酸、シス-1, 2-シクロオクタンジカルボン酸、シス-1, 2-シクロペンタンジカルボン酸、シス-1, 2-シクロブタンジカルボン酸、トランス-1, 2-シクロヘキサンジカルボン酸、トランス-1, 2-シクロヘプタンジカルボン酸、トランス-1, 2-シクロオクタンジカルボン酸、トランス-1, 2-シクロペンタンジカルボン酸、トランス-1, 2-シクロブタンジカルボン酸等が挙げられる。

## 【 0 0 1 6 】

本発明の毛髪化粧料中の有機二塩基酸の含有量は、0.001～50重量%（以下、単に%と記載）、好ましくは0.001～30%、更には0.01～10%である。また有機二塩基酸塩として含有する場合は、有機二塩基酸に換算した含有量で規定される。

## 【 0 0 1 7 】

塩として含有する場合は、アルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩、アンモニウム塩等から選ばれ、好ましくはカリウム、ナトリウムのアルカリ金属塩が選ばれる。これらの塩は一塩、二塩又はそれらの混合物でもよい。

## 【 0 0 1 8 】

本発明の毛髪化粧料は、消臭有効成分として $K_1$ 、 $K_2$ の差が1.7以上である有機二塩基酸又はその塩を含有する他、香料を含有すると更に消臭効果が増強され好ましい。香料の毛髪化粧料中の含有量は0.001～2%、好ましくは0.005～1%、特に0.01～1%含有するのが好ましい。

## 【 0 0 1 9 】

香料は単体香料を使用しても良いが、調合香料を使用する事が好ましい。調合香料を構成する具体的な香料成分としては、 $\alpha$ -ピネン、 $\beta$ -ピネン、メチルアンスラニレート、イソブチルキノリン、オイゲノール、アルデヒドC-10、クマリン、バニリン、トリプラー、シス-3-ヘキセノール、 $\alpha$ -ヨノン、 $\beta$ -ヨノン、 $\gamma$ -ヨノン、 $\alpha$ -イソメチルヨノン、アリルヨノン、 $\alpha$ -メチルヨノン、 $\beta$ -メチルヨノン、 $\gamma$ -メチルヨノン、 $\alpha$ -イロン、 $\beta$ -イロン、 $\gamma$ -イロン、メチルヨノン-G、サンダルマイソールコア、 $\gamma$ -ウンデカラクトン、 $\alpha$ -ダマスコン、 $\beta$ -ダマスコン、 $\gamma$ -ダマスコン、 $\alpha$ -ダイナスコン、 $\beta$ -ダイナスコン、リリアール、チューベローズ、カラナール、アンブロキサン、p-クレゾール、マラクジャ、モスシンス、オリバナムレジノイド、ゲラニルニトリル、フェノキシエチルアルコール、フロローザ、ヘリオトロピン、アニシルアセテート、アニシルアセトン、アセチルオイゲノール、アセチルイソオイゲノール、ペンタライド、及びシクロヘキシルサリシレート、ハッカオイル、ペパーミントオイル、スペアミントオイル、レモンオイル、オレンジオイル、ライムオイル、グレ

ープフルーツオイル、ベルガモットオイル、レモングラスオイル、ユーカリプタスオイル、ゼラニウムオイル、シトロネラオイル、ヒノキオイル、セダーオイル、パインオイル、ヒバオイル、ラベンダーオイル、パチヨリオイル等の天然精油、1-カルボン、1-メントン、1-メントール、リモネン、シトラール、ジハイドロセノール、メチルサリシレート、チモール、1, 8-シネオール、リナロール、シトロネロール、ゲラニオール、テルピネオール、カンファール等が挙げられる。

### 【0020】

特にこれらの香料のうち、 $\alpha$ -ピネン、 $\beta$ -ピネン、メチルアンスラニレート、イソブチルキノリン、オイゲノール、アルデヒドC-10、クマリン、バニリン、トリプラール、シス-3-ヘキセノール、 $\alpha$ -ヨノン、 $\beta$ -ヨノン、 $\gamma$ -ヨノン、 $\alpha$ -イソメチルヨノン、アリルヨノン、 $\alpha$ -メチルヨノン、 $\beta$ -メチルヨノン、 $\gamma$ -メチルヨノン、 $\alpha$ -イロン、 $\beta$ -イロン、 $\gamma$ -イロン、メチルヨノン-G、サンダルマイソールコア、アルデヒドC-14ピーチ、 $\alpha$ -ダマスコン、 $\beta$ -ダマスコン、 $\gamma$ -ダマスコン、 $\alpha$ -ダイナスコン、 $\beta$ -ダイナスコン、リリアル、チューベロズ、カラナール、アシプロキサン、p-クレゾール、マラクジャ、モスシンズ、オリバナムレジノイド、ゲラニルニトリル、フェノキシエチルアルコール、フロローザ、ヘリオトロピン、アニシルアセテート、アニシルアセトン、アセチルオイゲノール、アセチルイソオイゲノール、ペンタライド、及びシクロヘキシルサリシレートは、頭皮臭のマスクングに優れた効果を有し、毛髪や頭部に付着したタバコ臭や調理臭及び頭部に発生した汗臭等の悪臭以外の頭皮臭をマスクングする機能を付加する事ができる点で好ましい。その配合割合としては、調合香料中0.001~100%、特に1~100%含有するのが好ましい。

### 【0021】

特にこれらの香料単体のうち、1-カルボン、ゲラニオール、シトラール、チモール、1, 8-シネオール、ペパーミントオイル、スペアミントオイル、レモングラス、ヒバオイルは、抗菌作用を有するため、毛髪等に付着した皮脂・汗成分からの細菌等の繁殖による悪臭の発生を抑制するため特に好ましい香料である

。本発明では、これらの香料単体を効果の程度に合わせて、調合香料中に配合する事ができる。その割合としては、前記抗菌作用を有する香料単体が全香料中の 0.001～100%、特に 1～100% を占めることが好ましい。

#### 【0022】

香料成分は、必要に応じて他の単体香料を加えて、更に希釈剤で希釈して用いることができる。その場合、用いる希釈剤としては、2-メチル-2,4-ジヒドロキシブタン、2-メチル-2,4-ジヒドロキシペンタン、2,4-ジヒドロキシブタン、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、トリプロピレングリコール、エタノール、流動パラフィン、3-メトキシ-3-メチルブタノール、ジエチルフタレート、IPソルベントから選ばれる1種以上の化合物が好ましい。

#### 【0023】

更に、抗菌作用を有する香料単体以外の抗菌剤は、特に限定される訳ではないが、例えば、ジンクピリチオン（2-ピリジンチオール-1-オキシド亜鉛塩）、塩化アルミニウム、酸化亜鉛、イソプロピルメチルフェノール、塩化ベンザルコニウム、トリクロサン、塩酸クロルヘキシジン、ハロカルバン、塩化ベンゼトニウム、クロルヒドロキシアルミニウム、アラントインクロキシアルミニウム、p-フェノールスルホン酸亜鉛等を、0.001～50%、好ましくは0.01～30%本発明の毛髪化粧料に含有してもよい。

#### 【0024】

本発明の毛髪化粧料には、更に界面活性剤を含有できる。これらの界面活性剤は、毛髪化粧料の整髪効果を向上したり、十分な洗浄効果を発現する目的の他、タバコ臭や調理臭、汗臭等の悪臭を保留する効果を有するため、配合する事が好ましい。界面活性剤の具体的な例としては、以下のものが挙げられる。まずアニオン界面活性剤としては、例えば、（1）グリコール酸N-アルキル（又はアルケニル）アミド硫酸エステル塩、（2）アルキルベンゼンスルホン酸塩、（3）アルキル（又はアルケニル）エーテル硫酸塩、（4）アルキル（又はアルケニル）硫酸塩、（5）オレフィンスルホン酸塩、（6）アルカンスルホン酸塩、（7）飽和又は不飽和の脂肪酸塩、（8）アルキル（又はアルケニル）エーテルカル

ボン酸塩、(9)  $\alpha$ -スルホン酸塩又はエステル、(10) N-アシルアミノ酸型界面活性剤、(11) リン酸モノ又はジエステル型界面活性剤、(12) スルホコハク酸エステル等が挙げられる。

## 【0025】

ノニオン界面活性剤としては、例えば、(13) ポリオキシエチレンアルキル(又はアルケニル)エーテル、(14) ポリオキシアルキルフェニルエーテル、(15) ポリオキシプロピレンアルキル(又はアルケニル)エーテル、(16) ポリオキシアルキレンアルキル(又はアルケニル)エーテル、(18) 高級脂肪酸アルカノールアミド又はそのアルキレンオキシド付加物、(19) ショ糖脂肪酸エステル、(20) グリセリン脂肪酸モノエステル等が挙げられる。これらのうち、ポリオキシエチレン(1~30)ラウリルエーテル、グリセリン脂肪酸モノエステルが、増粘作用を示さず好ましい。

## 【0026】

カチオン界面活性剤としては、第四級アンモニウム塩、特にモノ長鎖型又はジ長鎖型第四級アンモニウムが好ましい。ここでモノ長鎖又はジ長鎖としては、アルキル基、アルケニル基、ヒドロキシアルキル基、アルキルカルボニルアミノアルキル基、アルケニルカルボニルアミノアルキル基、アルキルアミノカルボニルアルキル基、アルケニルアミノカルボニルアルキル基、アルコキシアルキル基、アルケニルオキシアルキル基、脂肪族アシルオキシアルキル基、アルコキシカルボニルアルキル基、アルケニルオキシカルボニルアルキル基等が挙げられる。ここで、アルキル部分やアルケニル部分は、直鎖でも分岐鎖でもよい。より具体的には、特開昭62-141176号、同63-50574号、同63-260991号、同63-260992号、同63-295765号、特開平7-90773号、同7-309723号、同7-309724号、同7-309724号、公報等に記載されている毛髪化粧料や柔軟剤に用いられる第四級アンモニウム塩が挙げられる。好ましい例としては、モノ長鎖(直鎖又は分岐鎖)アルキルトリメチルアンモニウム塩、ジ長鎖(直鎖又は分岐鎖)アルキルジメチルアンモニウム塩、モノ長鎖(直鎖又は分岐鎖)アルキルジメチルベンジルアンモニウム塩、ジ長鎖(直鎖又は分岐鎖)アルキルメチルベンジルアンモニウム塩、ジ長鎖(直

鎖又は分岐鎖) アルキルメチルヒドロキシエチルアンモニウム塩等が挙げられる。

【 0 0 2 7 】

更に、両性界面活性剤の例としては、例えば、イミダゾリン型、アミドアミノ酸塩、カルボベタイン型、アルキルベタイン型、アルキルアミドベタイン型、アルキルスルホベタイン型等が挙げられる。

【 0 0 2 8 】

界面活性剤は、1 種以上を用いることができ、全組成中に 0. 0 5 ~ 3 0 重量 %、特に 0. 1 ~ 1 0 重量 % 配合するのが、泡立ちなどの点で好ましい。

【 0 0 2 9 】

また、本発明の毛髪化粧料には、シリコーン誘導体を配合することができ、感触の向上、残香性の向上をはかることができる。かかるシリコーン誘導体としては、ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、アミノ変性シリコーン、ポリエーテル変性シリコーン、脂肪酸変性シリコーン、フッ素型変性シリコーン、環状シリコーン、アルキル変性シリコーン、アルコール変性シリコーン、脂肪族変性シリコーン、エポキシ変性シリコーンなどが挙げられる。

【 0 0 3 0 】

シリコーン誘導体は、1 種以上を用いることができ、全組成中に 0. 0 1 ~ 1 5 重量 %、特に 0. 1 ~ 1 0 重量 % 配合するのが好ましい。

【 0 0 3 1 】

さらに、本発明の毛髪化粧料には、カチオン性ポリマーを配合でき、すべり性及び香り立ちを向上することができる。かかるカチオン性ポリマーとしては、例えばカチオン化セルロース誘導体、カチオン性澱粉、カチオン化グアーガム誘導体、ジアリル四級アンモニウム塩重合体、ジアリル四級アンモニウム塩 / アクリルアミド共重合体、四級化ポリビニルピロリドン誘導体等が挙げられる。

【 0 0 3 2 】

本発明の毛髪化粧料の形態は、液状、粉末状、ゲル状、顆粒状等に適宜選択して使用するのが、消臭効果を有効に発揮するためには、溶剤として水又は低級ア

ルコール、好ましくは水性低級アルコール溶液、更に好ましくは、水性エタノール溶液を使用する液状のものが良い。本発明の毛髪化粧料のpHは、特に限定されないが、消臭効果を充分発現させる点においてpHは4.5～9.0、特に5.0～8.0であるのが好ましい。

## 【0033】

本発明の毛髪化粧料中には、有効成分として使用する $K_1$ 、 $K_2$ の差が1.7以上の有機二塩基酸又はその塩及び必要に応じて使用される上記成分の他に、毛髪化粧料に通常使用される成分を適宜使用することが出来る。例えば、油脂、エステル等の油性物質、保湿剤、増粘剤、可溶化剤、pH調整剤、低級アルコール以外の有機溶剤、皮膜形成剤、高分子微細粉粒剤、酸化防止剤、キレート剤、色材等々が使用できる。

## 【0034】

本発明の毛髪化粧料の消臭効果は、毛髪洗浄剤、浴室で使用するトリートメント、整髪、育毛等毛髪化粧料全般に渡って有効であるが、特に洗い流して使用しないヘアトニック、ヘアリキッド、ヘアフォーム、スタイリング剤、ヘアトリートメント、ヘアスプレー等の整髪料及び育毛、養毛料に $K_1$ 、 $K_2$ の差が1.7以上の有機二塩基酸又はその塩を使用すると優れた消臭効果が得られる。

## 【0035】

本発明の毛髪化粧料は、スプレー容器に充填したものが好ましく、例えば、特開昭50-78909号公報の第1図、第3図又は第4図に示されているような、一回の噴霧量が0.2mL～0.5mL程度のミストタイプのスプレー付き容器から実開平4-37554号公報の第1図に示されているような液垂れ防止性や噴霧の均一性に優れる蓄圧式トリガーを用いることが良好である。

## 【0036】

## 【実施例】

## 実施例1

表3に示す毛髪化粧料を調製し、本発明の消臭効果を次法により評価した。

アンモニア消臭

直径4cmのシャーレに被検体を250mg添加し、その上に1%アンモニア水溶



液 50 mg を滴下し、上記シャーレを 2.5 L デシケーターの中に 20 分静置後、北川式ガス検知管にてアンモニア濃度 (S) を測定した。次式に従い消臭率を求めた。

【0037】

【数 1】

$$\text{消臭率 (\%)} = [(C - S) / C] \times 100$$

S : 20 分後のアンモニアガス濃度 (ppm)

C : 被検体を使用しない場合のアンモニアガス濃度 (ppm)

【0038】

#### メチルメルカプタン臭

長さ 7 cm 幅 0.5 cm のろ紙に 150 mg の被検体を含浸させ、続いて同じろ紙に 0.0002 % のメチルメルカプタンのプロピレングリコール溶液を 50 mg 含浸させ、3 L のビーカーにろ紙を立てラップをかけて 20 分放置後にビーカーに充填した匂いを官能評価する。初期のメチルメルカプタンの臭気の強さを 3 とし、20 分後の匂いをパネラー 3 人が下記の評価基準で評価し、その平均値 (小数点第 1 位を四捨五入) を消臭効果とし、2 以下を消臭に良好であると判断した。

評点 0 : 無臭又は臭いを感じない

1 : 何の臭いか分からないがややかすかに何かを感じる強さ

2 : 何の臭いか分かるが弱い臭い

3 : 明らかに又は強く臭う

【0039】

#### 低級脂肪酸臭

イソ吉草酸と酢酸と 3-メチル-2-ヘキセン酸を 20/60/20 の比率で混ぜた低級脂肪酸混合物を 1 % の水溶液にして 150 mg 用いる他は、メチルメルカプタン臭の場合と同様にして評価した。

【0040】

#### 毛髪付着臭 (タバコ臭、調理臭、汗臭)

## ①タバコ臭毛髪付着サンプルの調製

温度25℃、湿度65HRに保たれた、5m×5mの密閉された喫煙室の一方の壁に、人毛より作成した毛束かもじ20g（15cm）を床から毛束上部までの高さが3mになるように床に対して垂直に吊した。この喫煙室で、2時間の間、10人の男性が各人3本ずつのタバコを喫煙した。この時毛束に付着した毛束を試験サンプルとした。

## ②調理臭毛髪付着サンプルの調製

温度25℃、湿度65HRに保たれた、5m×5mの密閉された調理室の一方の壁に、人毛より作成した毛束かもじ20g（15cm）を床から毛束上部までの高さが3mになるように床に対して垂直に吊した。この調理室で、30分間の間、魚肉、肉類を各3種類ずつ調理した。この調理時に発生した調理臭を毛髪に付着させ試験サンプルとした。

## ③汗臭毛髪付着サンプルの調製

温度25℃、湿度65HRに保たれた、10m×10mの密閉されたトレーニング室で、毛束約7g（15cm）を3本単位で男女各5人の頭部に結わせ、各々約1時間走行トレーニングを行い、汗をかいた後、頭部から採取した毛束3本を合わせて1本とした毛束計10本を試験サンプルとした。

## ・消臭試験

## ①消臭方法及び評価

常法により調製した、本発明品の毛髪化粧料を、消臭対象サンプルに1g塗布し、ブラシで全体に伸ばした後、その処理直後及び翌日（24時間後）における経時変化での消臭・マスキング効果について評価した。評価は20～40代の男女10人（各5人ずつ）のパネラーに消臭・マスキング対象物の臭いを嗅いでもらい、下記の6段階の基準で評価し、平均点を求めた。平均点0以上1未満を◎、平均点1以上2未満を○、2以上3未満を△、3以上を×とした。

## ②評価基準

## 0. 無臭

1. 完全に消臭又はマスキングできている
2. ほぼ又はマスキング臭できている

3. かすかに悪臭がする
4. 悪臭がする（やや消臭又はマスキング不十分）
5. はっきり悪臭がする（消臭又はマスキング不十分）

【 0 0 4 1 】

【表 3】

---

## 毛髪化粧品

配合成分 (重量%)		本発明品 1	比較品 1	本発明品 2	比較品 2	本発明品 3	本発明品 4
消臭性能	タバコ臭	◎	○	○	△	◎	○
	処理直後						
	24時間後	○	△	○	×	○	○
	調理臭	◎	○	○	△	◎	○
	処理直後						
	24時間後	○	△	○	×	○	○
	汗臭	◎	○	○	△	◎	○
	処理直後						
	24時間後	◎	△	○	×	○	○
	シス-1, 2-シクロヘキサジエンジカルボン酸	1.0	-	1.0	-	-	-
	トランス-1, 2-シクロオクタンジカルボン酸	-	-	-	-	1.0	1.0
	ナイロン末	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
	ステレン・メタクリル酸ステアリル・ジビニルベンゼン共重合体	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
	メチルポリジロキサジン(シリコーンKT-5, 東芝シリコーン社製)	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
	カルボキシジビニルポリマー (カーボポール981, B.F.グッドリッチ社製)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
水酸化カリウム		0.07	0.07	0.07	0.07	0.07	0.07
グリチルリチン酸ジカリウム		0.1*	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
1, 3-ブチレングリコール		1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
エタノール		50.0	50.0	50.0	50.0	50.0	50.0
パラオキシジ安息香酸プロピル		0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
精製水		バランス	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス
香料組成物A		1.0	1.0	-	-	1.0	-
pH		5.8	5.8	5.8	5.8	5.8	5.8

【0042】

毛髪に付着したタバコ臭、調理臭及び汗臭に対する消臭効果の測定結果を表3に、アンモニア、メチルメルカプタン、低級脂肪酸に対する消臭効果の測定結果を表4に示す。

【0043】

【表4】

	アンモニア消臭率	メチルメルカプタン消臭効果	低級脂肪酸消臭効果
本発明品1	89%	1	1
比較品1	30	3	3
本発明品2	78	1	2
比較品2	25	3	3

【0044】

本発明品1及び2は、いずれもアンモニア、メチルメルカプタン、低級脂肪酸

に対し優れた消臭効果を示した。

本発明品 1 ～ 4 はいずれも毛髪に付着したタバコ臭、調理臭及び汗臭に対し優れた消臭効果を示した。

【 0 0 4 5 】

次の組成をもつ香料組成物 A を調製し、実施例 2 ～ 1 2 の毛髪化粧料を製造した。

【 0 0 4 6 】

【表 5】

香料組成物 A	(重量部)
レモン油	10
ベルガモット油	100
ジヒドロミルセノール	155
c i s - 3 - ヘキセノール	15
トリプラー	4
アリルアミルグリコレート	15
ラベンダー油	40
リナリルアセテート	75
オイゲノール	10
$\alpha$ -ダマスコン (50%ジプロピレングリコール溶液)	4
ゲラニオール	20
フェノキシエチルアルコール	20
エディオン	100
メチルアンスアニレート (10%ジプロピレングリコール溶液)	5
リリアル	70
リナロール	200
$\beta$ -ヨノン	50
カラナール (10%ジプロピレングリコール溶液)	5
バニリン (10%ジプロピレングリコール溶液)	3
クマリン	7
ジプロピレングリコール	107
計	1000

【 0 0 4 7 】

実施例 2 (ローション剤)	%
シス-1, 2-シクロヘキサンジカルボン酸	1. 0
スチレン・メタクリル酸メチル・ジメチルポリシロキサン	

グラウト共重合体	3. 5
メチルポリシロキサン (シリコーンKF-96A、信越シリコーン社製)	1. 0
アクリル酸・メタクリル酸アルキル共重合体 (PEMULEN TR-1 B.F.グッドリッチ社製)	0. 2
L-アルギニン	0. 2
酢酸dl- $\alpha$ -トコフェロール	0. 1
PEG 600	1. 0
l-メントール	0. 3
エタノール	30. 0
パラオキシ安息香酸エチル	0. 2
香料組成物A	0. 1
精製水	全100. 0

## 【0048】

実施例3 (育毛剤)	%
シス-1, 2-シクロヘキサンジカルボン酸	1. 0
ニコチン酸アミド	0. 1
酢酸dl- $\alpha$ -トコフェロール	0. 05
$\beta$ -グリチルレチン酸	0. 1
センブリ抽出液	1. 2
ニンジンエキス	0. 3
オトギリソウエキス	0. 5
l-メントール	0. 2
黄杞エキス	0. 3
ポリオキシエチレン (25E0) 硬化ヒマシ油	0. 2
塩化ステアリルトリメチルアンモニウム (コータミン86W;花王社製)	0. 5
エタノール	50. 0
香料組成物A	0. 1
精製水	全100. 0

炭酸ガス：噴射剤（原液／噴射剤）

98 / 2

## 【0049】

実施例4（トニック剤）

%

シスー1，2-シクロヘキサンジカルボン酸

1.0

塩化ステアリルトリメチルアンモニウム

（コータミン86PG；花王社製）

0.2

ポリオキシエチレン(25E0)硬化ヒマシ油

1.0

ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレンステアリルエーテル

0.7

酢酸dl- $\alpha$ -トコフェロール

0.05

グリチルリチン酸ジカリウム

0.1

トリクロサン

0.1

エタノール

60.0

香料組成物A

0.1

精製水

全100.0

## 【0050】

実施例5（シャンプー組成物）

%

シスー1，2-シクロヘキサンジカルボン酸

1.0

ポリオキシエチレン（3）ラウリルエーテル硫酸ナトリウム

10.0

ラウリル硫酸ナトリウム

5.0

ポリオキシエチレン(15)ラウリルエーテル

1.0

ラウリン酸ジエタノールアミド

1.0

ラウリン酸アミドプロピルベタイン

1.0

塩化ステアリルトリメチルアンモニウム

0.1

香料組成物A

0.4

精製水

全100.0

## 【0051】

実施例6（リンス）

%

シスー1，2-シクロヘキサンジカルボン酸

1.0

塩化ステアリルトリメチルアンモニウム

1.1



セタノール	3. 0
パルミチン酸イソプロピル	0. 5
ジメチルポリシロキサンエマルション	4. 0
ヒドロキシエチルセルロース	0. 1
香料組成物 A	0. 3

---

精製水	全 100. 0
-----	----------

【0052】

実施例 7 (スプレー)	%
シスー 1, 2-シクロヘキサンジカルボン酸	1. 0
グリセリン	2. 0
セタノール	4. 0
軽質流動イソパラフィン (日石三菱アイソゾール 400)	4. 0
ポリオキシエチレン (20E0) イソセチルエーテル	0. 5
イソステアリルグリセリルエーテル	2. 0
ジメチルポリシロキサン	1. 0
95%エタノール	85. 4
香料組成物 A	0. 1

全 100. 0

【0053】

実施例 8 (ヘアミスト)	%
シスー 1, 2-シクロヘキサンジカルボン酸	1. 0
ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油	0. 2
塩化ステアリルトリメチルアンモニウム (28%)	0. 5
ソフタノール	0. 1
グリセリン	3. 0
95%エタノール	10. 0
香料組成物 A	0. 05

精製水	全 100. 0
-----	----------

【0054】

実施例 9 (ヘアクリーム)	%
シス-1, 2-シクロヘキサンジカルボン酸	1. 0
ジメチルポリシロキサン	5. 0
ソルビトール	1 0. 0
$\alpha$ -モノイソスチアリルグリセリルエーテル	1. 0
高級アルコール (オレイルアルコール)	7. 0
プロピレングリコール	2. 0
9 5 % エタノール	2. 0
ポリオキシエチレンソルビタンモノオレート	4. 0
グリセロールモノステアレート	2. 0
香料組成物 A	0. 1
精製水	全 1 0 0. 0

【 0 0 5 5 】

実施例 1 0 (育毛剤)	%
シス-1, 2-シクロヘキサンジカルボン酸	1. 0
9 5 % エタノール	6 0. 0
1-メントール	0. 1 5
ニコチン酸アミド	0. 1 5
$\beta$ -グリチルレチン酸	0. 1 2
スエルチアニン	1. 5
黄杞抽出液	0. 9 5
オトギリ草エキス	0. 0 9
感触向上剤	0. 2
pH調整剤	0. 2
香料組成物 A	0. 1
精製水	全 1 0 0. 0

【 0 0 5 6 】

実施例 1 1 (育毛剤)	%
シス-1, 2-シクロヘキサンジカルボン酸	1. 0

95%エタノール	74.0
1-メントール	0.7
デシルテトラデシルジメチルアミンオキサイド	0.15
1,3-ブタンジオール	0.12
パントテニルエチルエーテル	0.4
ニコチン酸アミド	0.1
ニコチン酸ベンジル	0.01
$\beta$ -グリチルレチン酸	0.2
1-ドデセン	0.01
酸化チタン	0.5
pH調整剤	4.5
香料組成物A	0.1
精製水	全100.0

## 【0057】

実施例12 (ヘアリキッド)	%
シス-1,2-シクロヘキサンジカルボン酸	1.0
アクリル酸アミド・アクリル酸・メタクリル酸メトキシポリ エチレングリコール共重合体	2.0
ポリオキシプロピレンブチルエーテルリン酸(21P.O.)	7.0
ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油	5.0
ジプロピレングリコール	3.0
ポリオキシエチレンイソセチルエーテル(20E0)	0.4
ジエチレングリコールモノエチルエーテル	0.6
2-ヒドロキソ-4-メトキシベンゾフェノン-5-スルホン酸	0.1
香料組成物A	0.3
水酸化ナトリウム	3.0
95%エタノール	60.0
緩衝剤	0.4
毛髪浸透剤	0.2

精製水

全 1 0 0 . 0

【 0 0 5 8 】

実施例 2 ～ 1 2 の毛髪化粧料は、いずれも毛髪に付着したタバコ臭、焼肉料理等の調理臭、汗臭の消臭効果が優れていた。

【 0 0 5 9 】

【発明の効果】

---

アミン類、メルカプタン類及び低級脂肪酸類等の臭気を有効に除去でき毛髪に付着したタバコ臭や調理臭、及び頭部に発生した汗臭に優れた消臭効果を有する。

【書類名】 要約書

【要約】

【解決手段】 25℃における第一次解離定数 $K_1$ と第二次解離定数 $K_2$ の差が1.7以上である有機二塩基酸又はその塩を含有する毛髪化粧料。

【効果】 アミン類、メルカプタン類及び低級脂肪酸類等の臭気を有効に除去でき、毛髪に付着したタバコ臭や調理臭、及び頭部に発生した汗臭に優れた消臭効果を有する。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2000-104720
受付番号	50000435762
書類名	特許願
担当官	第五担当士席 0094
作成日	平成12年 4月 7日

---

<認定情報・付加情報>

【提出日】 平成12年 4月 6日

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[000000918]

---

1. 変更年月日	1990年 8月24日
[変更理由]	新規登録
住 所	東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号
氏 名	花王株式会社

